

CLIPPEDIMAGE= JP360022733A  
PAT-NO: JP360022733A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 60022733 A  
TITLE: SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISC

PUBN-DATE: February 5, 1985

INVENTOR-INFORMATION:

NAME  
ENDO, SHIGEO  
YAMADA, HIROHIDE  
KOIKE, YOSHIHARU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HITACHI METALS LTD	N/A

APPL-NO: JP58131197

APPL-DATE: July 19, 1983

INT-CL\_(IPC): G11B005/704

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain an excellent floating characteristic and to improve the CSS resisting characteristic which is heretofore a problem particularly with a magnetic disc consisting of  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by 2~5 times better than in the prior art by using a high-density high-hardness ceramic substrate having  $\leq 0.1\%$  void volume,  $\geq 1,200$  Hv hardness,  $\geq 2.2$  times  $10^{4}$  kg/mm<sup>2</sup> Young's modulus and  $70\sim 110$   $10^{-7}$  / $^{\circ}$ C coefft. of thermal expansion.

CONSTITUTION: The powder prep'd. by adding, for example, 0.5wt% MgO to Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder having  $\geq 99.5\%$  purity and  $\leq 1.0\mu\text{m}$  grain size is mixed for 24hr by a wet process and thereafter the mixture is dried and granulated. The granules are molded to the molding of 150mm outside diameter  $\times$  35mm inside diameter  $\times$  2.3mm thickness under 1ton/cm<sup>2</sup> pressure. The molding is sintered for 1hr under atm. pressure

in the atm. air at 1,600°C. The molding is further subjected to HIP under the conditions of 1,500°C, 1hr and 1,000atm and is then subjected to polishing to a specular surface by mechanochemical polishing by which the molding is finished to a shape sized 130mm outside diameter × 40mm inside diameter × 2mm thickness. The base plate controlled in temp. to 200°C is subjected to HF magnetron sputtering with oxidation reaction of an Fe target in gaseous Ar+O<sub>2</sub> to form Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, by which the magnetic disc consisting of the continuous thin film medium is obtd.

COPYRIGHT: (C) 1985, JPO&Japio

⑯ 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60—22733

⑤ Int. Cl.  
G 11 B 5/704

識別記号

厅内整理番号  
7350—5D

④公開 昭和60年(1985)2月5日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑤ 磁気ディスク基板

②特 願 昭58—131197

⑦発明者 小池義治

②出 願 昭58(1983)7月19日

熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属

⑦発明者 遠藤重郎

株式会社磁性材料研究所内

熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属  
株式会社磁性材料研究所内

⑦発明者 山田宏秀

⑦出願人 日立金属株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目1  
番2号

明細書

発明の名称 磁気ディスク基板

特許請求の範囲

1. 空孔率 0.1% 以下、室温と 400°C 間熱膨張係数  $70 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$  以上  $110 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$  以下、ヤング率  $2.2 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$  以上、ピッカース硬度 1,200 以上の物性を有する高密度セラミックスを用いたことを特徴とする磁気ディスク基板。

2. 特許請求の範囲第1項において、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiC}$ 、 $\text{TiB}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$  の少なくとも 1 種以上を主成分とすることを特徴とするセラミック磁気ディスク基板。

3. 特許請求の範囲第1項において、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  6% 以上含有することを特徴とする  $\text{ZrO}_2$  系のセラミック磁気ディスク基板。

発明の詳細な説明

本発明は迎流説製媒体高記録密度磁気ディスクにおいて、セラミックスを基板材として特にディスク媒体の耐摩耗性の改良に関するものである。

磁気ディスク記憶装置は大容量、高記録密度化

の傾向にあり、特に高記録密度化のためには、面内磁化記録の場合には磁性媒体の厚さを薄くすることおよび磁気ヘッドと磁性媒体との間隔（以下スペーシングという）を小さくすることが必要となり、基板としては、（イ）表面粗度（例えば、粗さ、うねり）の良いこと、（ロ）硬く耐摩耗性に優れていることが要求される。接触始動停止形ディスクの場合には上記（イ）および（ロ）の特性は必須条件となる。また、滑説ディスクのように滑説形成後 400°C 程度以下の温度で熱処理をする場合もあり、基板はこのような温度でも基板特性が変化しない耐熱処理性も必須条件となる。

高記録密度の目標値としては、例えば媒体厚さ  $0.1 \mu\text{m}$  以下、スペーシング  $0.2 \mu\text{m}$  以下であり、この場合媒体付加前ディスク基板加工仕様としては中心線平均表面粗さ  $R_a \leq 0.01 \mu\text{m}$ 、微小うねり  $\leq 0.06 \mu\text{m}/4\text{mm}$  等が最小限要求される。

従来セラミックス材でディスク全面に亘り本要求仕様を満す高密度、高硬度の均質な基板は得られ難く、価格的にも通常のアルミディスクに比較

し桁辺に基面であるため実用化されていない。

最近、JS5086系統のAl-4wt%Mg高純度合金の表面を研磨した後、陽極酸化してアルマイト( $Al_2O_3$ )層としたものが高密度記録用基板として用いられている。この基板で重要な特性はアルマイト層の厚さ、表面精度、母材の純度、耐熱性等であり、特にディスク媒体の信号エラー、ヘッド浮上性、耐摩耗性(耐CSS特性)等と深い関係を有している。

特にアルマイト層の厚さは、クラック防止と表面硬度に關係している。アルマイト層の熱膨張係数はAl合金の約1/4と小さいため、媒体例えば $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜の作製工程の熱処理過程でアルマイトにクラックが生じる。

これを避けるためにはアルマイト層の厚さを極力薄くし、変形能を増すのが有効である。250°Cないし400°Cまでクラックフリーであるために、アルマイト層の厚さを3μm以下にされている。しかし、このアルマイト層の厚さでは基板の表面硬度が不充分であるため、媒体表面に順滑剤を付

与しても2万回以上の接触始動停止(CSS)に耐える媒体強度を安定して得ることが困難であり、信頼性の面から問題を残している。

本発明は上記従来技術の欠点を改良し、特にCSS特性において、信頼性の高い高密度記録用磁気ディスク用セラミック基板を提供することを目的とする。

中心線平均表面粗さ $R_a \leq 0.01 \mu\text{m}$ 、微小うねり $0.06 \mu\text{m}/4\text{mm}$ 等を達成するセラミック加工基板をうるためにには特に高密度化が重要である。最近セラミック粉末冶金技術の進歩はめざましく、原料については従来の機械的方式に替えて、共沈法、有機金属の水熱合成、共沈法等の化学的方法による超微粉の検討および超急速法による超微粉の作製が可能となって来ている。焼結プロセスとしては、添加助材を探索することにより、特に液相焼結効果を得るべく検討し、常圧焼結の他ホットプレス(HP)、熱間静水圧プレス(HIP)等の検討も行なった。これらの総合的結果として、 $Al_2O_3$ 、 $TiC$ 、 $TiB_2$ 、 $ZrO_2$ のうち

1種以上を主成分とする空孔率0.1%以下の高密度セラミック基板を安定に、比較的簡易な方法で得ることが出来た。これを鏡面研磨加工することにより目標とするセラミック基板加工仕様を得、これにスパッタリングにより厚さ0.1~0.17μmの $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜媒体を形成し、バニシング処理および潤滑剤塗布を行ない、ワインチェスター型Mn-Zn磁気ヘッドにて磁気ヘッド浮上性の確認および耐CSS性テストを行なった。その結果、スペーシングを0.1μm~0.2μmまで減少させても安定に磁気ヘッドは浮上し、耐CSS性においても3万回以上を記録することが出来、2~3μm厚さにアルマイト処理したアルミニウムディスク基板使用 $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 薄膜媒体におけるよりも耐摩耗性に優れていることを確認した。

セラミック基板としては上記 $Al_2O_3$ 系の他、 $Y_2O_3$ 含有 $ZrO_2$ 系についても検討し、ディスク全面にわたり、空孔率0.1%以下である高密度材加工基板については、ランクデーターホブソン社製タリーサーフ、タリステップ、タリロンド等

の表面精度測定機にて評価した結果、 $R_a \leq 0.01 \mu\text{m}$ 、微小うねり $0.06 \mu\text{m}/4\text{mm}$ を達成し、磁気ディスク完成面についても同等の表面精度が得られた。連続薄膜媒体においては、基板精度が転写されるため媒体表面精度も高く、前述の様に優れた浮上性と耐CSS特性を得ることが出来た。

薄膜媒体として、スパッタリングによる $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ を用いた場合、室温から400°C間の熱膨張率は $\text{Al}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ において、 $80 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $Fe_2O_3$ において $100 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$ 程度であり、基板のそれは $70 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上 $110 \times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下であることが膜の密着性上望ましく、基板のヤング率も熱処理中薄膜よりうける応力変形に充分耐えるよう $2.2 \times 10^4 \text{ kg/cm}^2$ 以上が望ましい。

材料は応力、加熱などによる変形のないものが望ましく、ピッカース硬度も1,200以上のものが加工面精度の達成および基板表面硬度の確保上望ましい。空孔率0.3%の高密度のものについては目的とする表面精度が得られず、3μm以上の欠

縮も多く薄膜媒体用ディスク基板としては不適当であった。実施例1

純度99.5%以上、粒径1.0μm以下のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末にMgO 0.5重量%添加した粉末を湿式により24時間混合したのち、乾燥、造粒し、これを1ton/cm<sup>2</sup>の圧力で外径150mm×内径35mm×2.3mm厚さに成形し、この成形体を大気中で1600°Cで1時間常圧焼結をした。さらに1500°C、1時間、1000気圧の条件でHIPした。しかるのち、ラッピングおよびメカノケミカルポリシングにより鏡面研磨加工を施し、外径130mm×内径40mm×厚さ2mmの形状に仕上げた。

HIP後の焼結体について粗面観測および水置換法により、空孔率を測定した結果試料全体にわたり空孔率0.1%以下であることが確かめられた。

加工基板の表面精度は、中心線平均粗さRa = 0.06μm、最大粗さR<sub>max</sub> = 0.04μm、微小うねり0.05μm/4mm、45°C間隔、ディスクのほぼ中央部の8測定点につき3μm以上のボア等の欠陥密度0~2ヶ/mm<sup>2</sup>であった。ビックアース硬

度Hv = 1600、熱膨張率α = 7.7×10<sup>-7</sup>°C、ヤング率E = 3.6×10<sup>4</sup>kg/mm<sup>2</sup>であった。

空孔率0.1%以下の高密度、且つ高硬度Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>材を使用したため、上記の様な高表面精度を得られたものである。

200°Cに温度コントロールしたこの基板に対し、FeターゲットのAr+O<sub>2</sub>ガス中での酸化反応HFマグネットロンスパッタリングを施しFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>を形成し、これを大気中で300°C×3Hr加熱酸化し、膜厚1700Åのγ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を得た。これをダイヤチップにてバニシング処理し有機物系の潤滑膜約200Åを形成し、連続薄膜媒体磁気ディスクとした。ディスク完成後の面粗さはRa = 0.011μm、R<sub>max</sub> = 0.1μm、微小うねり0.06μm/4mmであった。磁気ヘッドの浮上性はスペーシング0.15μmに減少させても安定に浮上することを確認した。耐CSS性においても3万回を確認することができた。

一方、厚さ3μmのアルマイト層を有するアルミディスクについて本質的に同一の加工条件で加

工し、同様の工程で1700Åのγ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜を形成、バニシング処理および潤滑膜を形成した磁気ディスクについては、表面精度等はほぼ上記Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板に近い値を得、浮上量0.2μmを確認し得たが、耐CSS寿命は1~2万回程度であった。空孔率0.1%以下の高密度・高硬度Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板を用いた磁気ディスクの方が耐CSS特性に優れていることが確認できた。

#### 実施例2

純度99.5%以上、粒径1.0μm以下のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末およびTiC粉末およびAlN、MgO粉末を各々63.5重量%、30重量%、1重量%、0.5重量%秤量し、実施例1と同様な方法で成形体を作製した。成形体は1650°Cで1時間常圧焼結し、さらに1500°C、1時間、1000気圧の条件下でHIPした。これを実施例1と同様な工程で加工し、実施例1と同一形状のディスク基板を得た。空孔率は0.1%以下、Hv = 1900、α = 7.0×10<sup>-7</sup>°C、E = 4.0×10<sup>4</sup>kg/mm<sup>2</sup>であった。

加工基板の表面精度はRa = 0.004μm、R<sub>max</sub>

= 0.03μm、微小うねり0.04μm/4mm、3μm以上のボア等欠陥密度は0~1ヶ/mm<sup>2</sup>であった。

実施例1と同様な方法で、Ra = 0.005μm、R<sub>max</sub> = 0.05、微小うねり0.05μm/4mmの磁気ディスクを完成した。同様に浮上性、CSSテストを行ない、スペーシング0.13μm、耐CSS性5万回を確認し得た。

本Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・TiC材はTiC含有量20%ないし40%では切削性に優れており、極めて優れた加工基板表面精度を得ることができ、この精度が完成磁気ディスクの面精度に転写されていることを確認した。

尚、本薄膜磁気ディスクについて、同様にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・TiCを基板とした、いわゆる薄膜磁気ヘッドにてCSSテストを行なった結果、アルマイト処理アルミニウム基板γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜磁気ディスクにおけるよりも耐CSS特性に優れており、2万回以上のCSS寿命を確認した。

#### 実施例3

純度99.5%以上、粒径1μ以下のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiC、TiB<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>を各70、14、14、2重量%混じし、これを原料とし、実施例1と同様な方法で作製し、次のHIP焼結体を得た。空孔率0.1%以下、Hv=2100、 $\alpha=72 \times 10^7$ ℃、 $\kappa=3.9 \times 10^4$ kg/mm<sup>2</sup>。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度はRa=0.004μm、R<sub>max</sub>=0.02μm、微小うねり0.04μm/4mm、3μm以上のボア等欠陥密度は0~1ケ/mm<sup>2</sup>であった。実施例1と同様な方法で同一形状のディスクを完成、同様な方法でテストし、0.15μmの浮上量、8万回以上の耐CSS性を確認した。

#### 実施例4

純度99.5%以上、粒径1.0μ以下のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を各々67、30、3重量%で混合し原料とした。実施例1と同様な方法で成形体を作製した。成形体を1400℃で1時間、300kg/cm<sup>2</sup>のプレス圧を加圧、減圧下でホットプレスした。ホットプレス焼結材の特性は、空孔率0.1%。

クを完成、同様な方法で評価した結果、浮上量0.13μm、SSC7万回以上を確認することが出来た。

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>組成4ないし12重量%組成のZrO<sub>2</sub>・Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板材については、組織が立方晶と單斜晶の2相から成り、且つ500℃に立方晶の変態点を有するため、硬度の不均一と熱処理工程における不安定性から加工基板面およびディスク表面精度では、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含有量18%以上のものより劣っていた。又、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含有量が少ない程、焼結冷却時クラックが入り、ディスク基板材としては不適であった。

従って、ZrO<sub>2</sub>・Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系ディスク基板材としてはY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が18重量%以上含むものが最適であり、空孔率0.1%以下の高密度材を基板として用いたアーフェ<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜磁気ディスクは従来にない浮上特性と耐CSS性を示すことが明らかとなった。

本発明により、空孔率0.1%以下、且つHv1200以上の硬度とヤング率 $2.2 \times 10^4$ kg/mm<sup>2</sup>以上。

以下、Hv=1500、 $\alpha=82 \times 10^7$ ℃、 $\kappa=3.7 \times 10^4$ kg/mm<sup>2</sup>であった。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度はRa=0.004μm、R<sub>max</sub>=0.02μm、微小うねり0.04μm/4mm、3μm以上の欠陥密度は0~1ケ/mm<sup>2</sup>であった。

実施例1と同様な方法で同一形状の磁気ディスクを完成、同様な方法で評価した結果、浮上量0.13μm、5万回以上の耐CSS性を確認した。

#### 実施例5

純度99.5%以上、粒径1.0μ以下のZrO<sub>2</sub>およびY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を各々82、18重量%組成の原料を用い、実施例1と同様な方法で作製し、次の特性のHIP焼結体を得た。空孔率0.1%以下、Hv=1250、 $\alpha=97 \times 10^7$ ℃、 $\kappa=2.3 \times 10^4$ kg/mm<sup>2</sup>。

実施例1と同様な方法で加工評価した基板の表面精度はRa=0.003μm、R<sub>max</sub>=0.02μm、微小うねり0.03μm/4mm、3μm以上の欠陥密度は0~1ケ/mm<sup>2</sup>であった。

実施例1と同様な方法で同一形状の磁気ディス

クを完成、同様な方法で評価した結果、浮上量0.13μm、SSC7万回以上を確認することが出来た。

熱膨張係数70~110×10<sup>-7</sup>℃の高密度・高硬度セラミック基板を用いることにより、優れた浮上性が得られ特にアーフェ<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜媒体磁気ディスクの問題点であった耐CSS特性が従来の2~5倍に改良され、アーフェ<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜媒体による高記録密度磁気ディスクの実用化見通しが得られた。

本セラミック基板は5インチ以下の比較的小型のディスクにおいては原材料費が少ないので、比較的有利となり、また、HIP等の適用により生産性の面から小型ディスクは有利であり、将来小型高記録密度ディスクへの応用も期待出来る。

出願人 日立金属株式会社



手続補正書

昭和 58 年 10 月 13 日

特許庁審査官殿

事件の表示

昭和 58 年 特許第 131197 号

発明の名称 磁気ディスク基板

補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都千代田区丸ノ内二丁目 1 番 2 号

名称 (503) 日立金属株式会社

電話 東京 03- 284- 4642

代表者 河野 典夫



補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の箇。

補正の内容

別紙の通り。

1. 明細書の「発明の詳細な説明」の箇の記載を  
下記の通り訂正する。

記

(1) 明細書第 3 頁末行の「潤滑剤」を「潤滑剤」  
に訂正する。

(2) 同書第 4 頁第 14 行の「共沈法」を削除す  
る。

(3) 同書第 7 頁第 17 行の「0.06 ミリ」を  
「0.006 ミリ」に訂正する。

(4) 同書第 8 頁第 14 行の「0.1ミリ」を「0  
.06 ミリ」に訂正する。

(5) 同書第 10 頁第 14 行から第 19 行を削除  
する。

以上